

1532893

DT01 Rec'd PCT/PTC 27 APR 2005

3/9/2

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

012490507

WPI Acc No: 1999-296615/ 199925

XRAM Acc No: C99-087374

Crosslinkable rubber composition - contains iso-butylene polymer, organic rubber, organo-silicone compounds etc.

Patent Assignee: KANEKA CORP (KANF)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 11100508	A	19990413	JP 97264014	A	19970929	199925 B
JP 3540920	B2	20040707	JP 97264014	A	19970929	200444

Priority Applications (No Type Date): JP 97264014 A 19970929

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 11100508	A		7	C08L-083/05	
JP 3540920	B2		11	C08L-083/05	Previous Publ. patent JP 11100508

Abstract (Basic): JP 11100508 A

Crosslinkable rubber composition (I) comprising (A), (B), (C), (D) and (E) is claimed. (A) = isobutylene polymer(s) having Mn 3,000-50,000 and at least one alkenyl gp. at terminal end; (B) = organic rubber(s); (C) = organosilicone cpd(s). having at least two silicon-containing hydrolysable gps. and hydrogen atoms binding to silicon atom(s); (D) = hydrosilylation catalyst(s) (E): crosslinking agent(s) for (B). Crosslinked product(s) of (I) are also claimed.

USE - For preparation of hoses, vibration damping materials, belts, coupling materials, rolls, shoe soles etc.

ADVANTAGE - (I) gives crosslinked product(s) having improved mechanical strength in addition to good vibration damping properties, resistance to heat, weather, chemicals, gas and moisture permeation.

Dwg.0/0

Title Terms: CROSSLINK; RUBBER; COMPOSITION; CONTAIN; ISO; BUTYLENE; POLYMER; ORGANIC; RUBBER; ORGANO; SILICONE; COMPOUND

Derwent Class: A18; A26; A88

International Patent Class (Main): C08L-083/05

International Patent Class (Additional): C08J-003/24; C08L-021/00;

C08L-023/22

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): A04-G05; A07-A02A; A08-C01

Polymer Indexing (PS):

<01>

001 018; R00966 G0055 G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12 D10 D51 D53 D58 D84 ; H0000; H0011-R; M9999 M2153-R; M9999 M2813; M9999 M2299; H0124-R; L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; S9999 S1661; P1150

002 018; ND04; K9745-R; B9999 B4988-R B4977 B4740; K9449; Q9999 Q8731 Q8719; Q9999 Q7067 Q7056; Q9999 Q7954 Q7885; Q9999 Q7909 Q7885; Q9999 Q6644-R; Q9999 Q8991; B9999 B4091-R B3838 B3747; B9999 B4024 B3963 B3930 B3838 B3747; B9999 B4682 B4568; B9999 B4728 B4568; B9999 B4580 B4568; B9999 B4864 B4853 B4740; N9999 N6188 N6177; B9999 B4897 B4740; B9999 B5094 B4977 B4740; B9999 B5083 B4977 B4740

003 018; F83; A999 A157-R; A999 A771

004 018; D01 D11 D10 D12 D54 D51 D57 D58 D61-R D88 F81 F86 Pt 8B Tr;

A999 A146
005 018; A999 A237; A999 A793
006 018; E01 E00 D01 D11 D10 D12 D53 D51 D59 D63 D86 F90 F41; A999 A180
<02>
001 018; R24073 D01 D02 D03 D12 D10 D51 D53 D59 D85 P0599 H0124 B5061;
H0124-R; L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; S9999 S1661
002 018; R00806 G0828 G0817 D01 D02 D12 D10 D51 D54 D56 D58 D84;
H0124-R; L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; S9999 S1661; H0000;
P0328 ; P0339
003 018; R00429 G0828 G0817 D01 D02 D12 D10 D51 D54 D56 D58 D85;
H0124-R; L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; S9999 S1661; H0000;
P0328
004 018; R00326 G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12 D10 D51 D53 D58 D82;
R00964 G0044 G0033 G0022 D01 D02 D12 D10 D51 D53 D58 D83; H0124-R;
L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; S9999 S1661; H0022 H0011;
P1150 ; P1285 ; P1296
005 018; ND04; K9745-R; B9999 B4988-R B4977 B4740; K9449; Q9999 Q8731
Q8719; Q9999 Q7067 Q7056; Q9999 Q7954 Q7885; Q9999 Q7909 Q7885;
Q9999 Q6644-R; Q9999 Q8991; B9999 B4091-R B3838 B3747; B9999 B4024
B3963 B3930 B3838 B3747; B9999 B4682 B4568; B9999 B4728 B4568;
B9999 B4580 B4568; B9999 B4864 B4853 B4740; N9999 N6188 N6177;
B9999 B4897 B4740
006 018; F83; A999 A157-R; A999 A771
007 018; D01 D11 D10 D12 D54 D51 D57 D58 D61-R D88 F81 F86 Pt 8B Tr;
A999 A146
008 018; A999 A237; A999 A793
009 018; E01 E00 D01 D11 D10 D12 D53 D51 D59 D63 D86 F90 F41; A999 A180
<03>
001 018; F83 F86 D11 D10 D19 D18 D31 D76 D50 D81 D90; P1445-R F81 Si 4A
; A999 A157-R; A999 A782

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-100508

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月13日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I
C 0 8 L 83/05		C 0 8 L 83/05
C 0 8 J 3/24	C E Q	C 0 8 J 3/24 C E Q Z
C 0 8 L 21/00		C 0 8 L 21/00
23/22		23/22

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平9-264014	(71) 出願人	000000941 鐘淵化学工業株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
(22) 出願日	平成9年(1997) 9月29日	(72) 発明者	坂口 雅史 加古川市加古川町溝之口2丁目109ジョネ ハイツ2-A
		(72) 発明者	山中 祥道 豊中市上新田1丁目25-H1006
		(72) 発明者	常深 秀成 神戸市垂水区舞子台2-9-30-1220

(54) 【発明の名称】 架橋可能なゴム組成物、及びその架橋ゴム

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】優れた耐熱性、耐候性、耐薬品性、低気体透過性、低透湿性、高振動吸収性等の各種特性を有し、かつ機械強度にも優れた架橋可能なゴム組成物を提供する。

【解決手段】分子鎖末端に少なくとも1個のアルケニル基を有する、数平均分子量3,000~50,000のイソプレン系重合体(A)、有機ゴム(B)、分子内に少なくとも2個のケイ素原子結合性水素原子を有する有機ケイ素化合物(C)、及びヒドロシリル化触媒

(D) からなる架橋可能なゴム組成物。すなわち、ヒドロシリル化反応により架橋し得るイソプレン系重合体とその架橋剤、硬化触媒からなる付加硬化系組成物を有機ゴムにブレンドする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 分子鎖末端に少なくとも1個のアルケニル基を有する、数平均分子量3,000~50,000のイソプレン系重合体(A)、有機ゴム(B)、分子内に少なくとも2個のケイ素原子結合性水素原子を有する有機ケイ素化合物(C)、及びヒドロシリル化触媒(D)、有機ゴム(B)の架橋剤(E)からなる架橋可能なゴム組成物。

【請求項2】 (A)成分のイソプレン系重合体が、分子鎖末端のアルケニル基及び芳香環由来の芳香族性不飽和結合以外に、炭素-炭素不飽和結合を実質的に含有しない請求項1記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項3】 (A)成分のイソプレン系重合体中、イソプレンに起因する繰り返し単位の総量が80重量%以上である請求項1及び2記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項4】 (B)成分の有機ゴムが、天然ゴム、ポリイソブレン、ポリブタジエン、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリクロロブレン、アクリルゴム、アクリロニトリル/ブタジエン共重合体ゴム、エチレンプロピレン共重合体ゴム(EPM)、エチレンプロピレンジエン共重合体ゴム(EPDM)、ブチルゴム、ウレタンゴムおよびそれらの混合物からなる群から選ばれてなる請求項1~3記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項5】 (B)成分の有機ゴムが、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイソブレン、ポリ(スチレン-ブタジエン)またはそれらの混合体である請求項1~3記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項6】 (B)成分の有機ゴムが、エチレンプロピレン共重合体ゴム(EPM)、エチレンプロピレンジエン共重合体ゴム(EPDM)、ブチルゴム、アクリルゴム、またはそれらの混合体である請求項1~3記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項7】 (C)成分の有機ケイ素化合物がポリオルガノヒドロジェンシロキサンである請求項1~6記載の架橋可能なゴム組成物。

【請求項8】 (D)成分のヒドロシリル化触媒が白金化合物である請求項1~7記載の架橋可能なゴム組成物

【請求項9】 (E)成分の架橋剤が硫黄、サルファードナー、低イオウ高加硫促進剤、キノイド、レジンからなる群から選ばれてなる請求項1~8記載の架橋可能なゴム組成物

【請求項10】 請求項1~9記載の架橋可能なゴム組成物を架橋して得られる架橋ゴム弾性体

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、架橋可能なゴム組成物に関する。さらに詳しくは、例えばホース、防振材、ベルト、カップリング材、ロール、靴底などの成形材料として好適に使用し得る架橋可能なゴム組成物に関

する。

【0002】

【従来の技術】従来より種々の熱加硫性有機エラストマーが、広範囲の工業用途等に利用されている。また、各適用用途に合わせるために、多数のエラストマー組成物が開発されてきた。熱加硫性有機エラストマーの架橋は、分子中の炭素-炭素不飽和結合を高温下、硫黄等の架橋剤により進行させることができる。しかし、この橋かけ反応を100%反応させるのは困難であり、その結果得られる架橋ゴム中への炭素-炭素不飽和結合の残留は避けられないものとなっている。すなわち、残留した炭素-炭素不飽和結合は熱や光等により分解反応を引き起こし、これが架橋ゴム全体の劣化につながっていくことになる。

【0003】このような熱加硫性有機エラストマーの骨格に起因する耐久性の低さを改善する方向として、架橋に必要な最低限の炭素-炭素不飽和結合のみを有するエチレンプロピレンジエン共重合体(EPDM)やブチルゴム等の有機エラストマーが商品化された。これらの主鎖骨格はそれぞれエチレンプロピレン共重合体、イソプレン重合体であり、エチレンプロピレンに続く第3成分として、またイソプレンへの第2成分として、ジェン系モノマーを少量共重合させることにより、架橋に必要な炭素-炭素不飽和結合を導入している。その結果、天然ゴムやポリイソブレン、ポリブタジエン等のジェン系エラストマーに比較し、耐熱性や耐候性が大幅に改善された熱加硫性有機エラストマーを得ることが可能となった。しかしながら、前述した炭素-炭素不飽和結合の残留は大幅に低減できたとは言え少なからず残っている。

【0004】このような中、イソプレン系重合体は、飽和炭化水素系重合体であることから耐熱性、耐候性、耐薬品性に優れるほか、イソプレンの繰り返し単位を有することから低気体透過性、低透湿性、高振動吸収性等の優れた材料として、様々な用途への展開が図られてきた。しかし、イソプレンホモポリマーは炭素-炭素不飽和結合を有しておらず加硫できないため、粘着材やガム、可塑剤等として使用されるに留まっている。また、加硫を可能にするための炭素-炭素不飽和結合をイソブレン成分の共重合により導入したブチルゴムは、イソブレン系架橋ゴムとして前記した各種特性を生かし幅広く使用されているが、ブチルゴムは架橋結合の炭素-硫黄結合に起因する永久圧縮歪みが大きいといった欠点を有しており、このため他の優れた特性を有するものの、その使用にあたっては大きな制限を受けている。

【0005】また、従来の加硫とは架橋形式が異なるイソブレン系架橋ゴムが特開平2-75644や特開昭63-6041において提案されている。これらはイソブレン系重合体に加水分解性シリル基を導入した縮合型硬化材料と、アルケニル基を導入した付加硬化材料に

分類されるが、それぞれの架橋反応により生成する結合は、前者が炭素－ケイ素－酸素－ケイ素－炭素結合、後者が炭素－ケイ素－（硬化剤中の残基）－ケイ素－炭素結合（硬化剤によりケイ素－ケイ素間の結合は異なる）である。すなわち、いずれの架橋結合もブチルゴムとは異なっており、耐熱性等は大きく改善されている。しかし、いずれも数平均分子量が数万程度までの液状ゴムであり、作業時や加工時のエネルギー消費量を低減できる等の優れた特徴を有する反面、機械強度が従来の加硫ゴムに比べ極めて低いといった欠点を有している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、イソプレン系重合体の優れた耐熱性、耐候性、耐薬品性、低気体透過性、低透湿性、高振動吸収性等の各種特性を有し、かつ機械強度にも優れた架橋可能なゴム組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、分子鎖末端に少なくとも1個のアルケニル基を有する、数平均分子量3,000～50,000のイソプレン系重合体（A）、有機ゴム（B）、分子内に少なくとも2個のケイ素原子結合性水素原子を有する有機ケイ素化合物（C）、及びヒドロシリル化触媒（D）、及び有機ゴム（B）の架橋剤（E）からなる架橋可能なゴム組成物に関するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明に使用される（A）成分は、分子鎖末端に少なくとも1個のアルケニル基を有する、数平均分子量3,000～50,000のイソプレン系重合体である。ここで、イソプレン系重合体とは、該アルケニル基を除く主鎖骨格の主成分がイソプレンの繰り返し単位からなることを意味する。すなわち本発明のイソプレン系重合体は、単量体単位のすべてがイソプレン単位から形成されていてもよく、イソプレンと共重合性を有する単量体単位をイソプレン系重合体中の好ましくは20%（重量%、以下同様）以下の範囲で含有してもよい。

【0009】イソプレンと共重合性を有する単量体成分としては、例えば炭素数4～12のオレフィン、ビニルエーテル、芳香族ビニル化合物、ビニルシラン類、アリルシラン類等が挙げられる。このような共重合体成分の具体例としては、例えば1-ブテン、2-ブテン、2-メチル-1-ブテン、3-メチル-1-ブテン、ペンテン、4-メチル-1-ペンテン、ヘキセン、ビニルシクロヘキサン、メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル、スチレン、 α -メチルスチレン、ジメチルスチレン、p-tert-ブトキシスチレン、p-ヘキセニルオキシスチレン、p-アリロキシスチレン、p-ヒドロキシスチレン、 β -ピネン、インデン、ビニルジメチルメトキシシラン、ビニルトリメ

チルシラン、ジビニルジメトキシシラン、ジビニルジメチルシラン、1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン、トリビニルメチルシラン、テトラビニルシラン、アリルジメチルメトキシシラン、アリルトリメチルシラン、ジアリルジメトキシシラン、ジアリルジメチルシラン、 γ -メタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロイルオキシプロピルメチルジメトキシシラン等が挙げられる。

【0010】また、本発明中（A）成分として用いるイソプレン系重合体には、本発明の目的が達成される範囲でブタジエン、イソプレンのようなポリエン等の重合後二重結合の残るような単量体単位を少量、好ましくは20%以下の範囲で含有させてもよいが、耐久性に優れた架橋ゴムを得る場合は、ポリエンの添加量は多すぎないことが望ましい。

【0011】さらに、本発明の目的の一つである耐久性に優れた架橋ゴムを得るためには、前記架橋に必要なアルケニル基を除き、芳香環以外の炭素-炭素不飽和結合を実質的に含有しないことが好ましい。また、本発明のアルケニル基とは、本発明の目的を達成するための

（A）成分の架橋反応、すなわちヒドロシリル化反応に対して活性のある炭素-炭素二重結合を含む基であれば特に制限されるものではない。具体例としては、ビニル基、アリル基、メチルビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基等の脂肪族不飽和炭化水素基、シクロプロペニル基、シクロブテニル基、シクロペンテニル基、シクロヘキセニル基等の環式不飽和炭化水素基を挙げることができる。本発明においては、

（A）成分は、1分子中にアルケニル基を1～10個有していることが望ましい。さらに、本発明においては、

（A）成分の架橋点間分子量を大きくするために、

（A）成分のアルケニル基は分子末端に存在することが好ましい。（A）成分の架橋点間分子量を大きくすると、硬化物のモジュラスを低下させることが可能である。

【0012】また、本発明の（A）成分の製造方法としては、特開平3-152164号公報や特開平7-304909号公報に開示されているような、水酸基などの官能基を有する重合体に不飽和基を有する化合物を反応させて重合体に不飽和基を導入する方法が挙げられる。またハロゲン原子を有する重合体に不飽和基を導入するためにはアルケニルフェニルエーテルとのフリーデルクラフツ反応を行う方法、ルイス酸存在下アリルトリメチルシラン等との置換反応を行う方法、種々のフェノール類とのフリーデルクラフツ反応を行い水酸基を導入した上でさらに前記のアルケニル基導入反応をおこなう方法などが挙げられる。さらに米国特許第4316973号、特開昭63-105005号公報、特開平4-288309号公報に開示されているように単量体の重合時に不飽和基を導入することも可能である。

【0013】本発明に使用される(B)成分の有機ゴムとしては、天然ゴム、ポリイソブレン、ポリブタジエン、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリクロロブレン、アクリルゴム、アクリロニトリル/ブタジエン共重合体ゴム、エチレンプロピレン共重合体ゴム(EP M)、エチレンプロピレンジエン共重合体ゴム(EP D M)、エピクロロヒドリンゴム、エチレン-酢酸ビニルゴム、エチレン-アクリルゴム、フッ素ゴム、クロロスルホン化ポリエチレンおよびそれらの混合物等を挙げることができる。

【0014】本発明の(B)成分としては、特に天然ゴム、ポリイソブレン、ポリブタジエン、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリクロロブレン、アクリルゴム、アクリロニトリル/ブタジエン共重合体ゴム、エチレンプロピレン共重合体ゴム(EP M)、エチレンプロピレンジエン共重合体ゴム(EP DM)、エチレン-アクリルゴムおよびそれらの混合物は、(A)成分との相溶性が良好であるので好ましい。また、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイソブレン、ポリ(スチレン-ブタジエン)、エチレンプロピレン共重合体ゴム(EP M)、エチレンプロピレンジエン共重合体ゴム(EP DM)、ブチルゴム、アクリルゴム、またはそれらの混合体は、(A)成分との相溶性が特に良好なため、さらに好まし

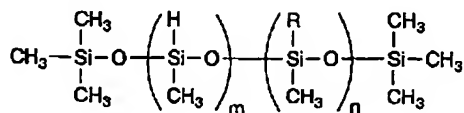
い。但し、ここに例示したもの以外の有機ゴムであっても、相溶化剤を使用することにより相溶性を改善することが可能である。

【0015】本発明における(A)成分のイソブチレン系重合体と(B)成分の有機ゴムとの混合比率は、通常、重量比で3:97~70:30であり、好ましくは5:95~50:50の範囲である。(A)成分が3重量%未満だと、(A)成分と(C)成分とのヒドロシリル化反応が十分に進行せず、(A)成分の架橋構造が形成できない。また(A)成分が70重量%を越えると加工性が低下するとともに、機械強度に支障をきたす場合がある。

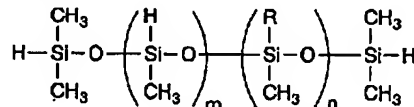
【0016】本発明に使用される(C)成分は、分子内に少なくとも2個のケイ素原子結合性水素原子を有する有機ケイ素化合物であれば、特に制限なく使用することができる。ここで(C)成分としては、製造の容易さや安定性を考慮すればポリオルガノヒドロジェンシロキサンが好ましい。ここで言うポリオルガノヒドロジェンシロキサンとは、ケイ素原子上に炭化水素基あるいは水素原子を有するポリシロキサンを示し、例えば以下の構造のものを例示することができる。

【0017】

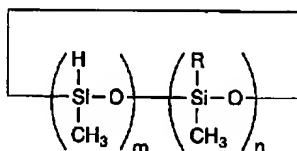
【化1】



(m, nは、 $3 \leq m+n \leq 50$ 、 $2 \leq m$ 、 $1 \leq n$ 、Rとしては炭素数2~20の炭化水素基で1個以上のフェニル基を含有してもよい。)



(m, nは、 $1 \leq m+n \leq 50$ 、 $0 \leq m$ 、 $1 \leq n$ 、Rとしては炭素数2~20の炭化水素基で1個以上のフェニル基を含有してもよい。)



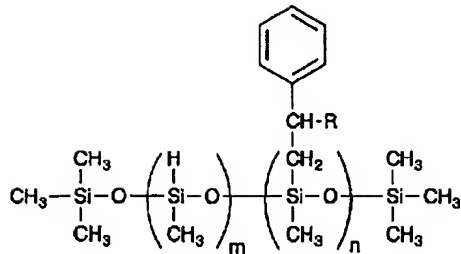
(m, nは、 $3 \leq m+n \leq 20$ 、 $2 \leq m \leq 19$ 、 $1 \leq n \leq 18$ 、Rとしては炭素数2~20の炭化水素基で1個以上のフェニル基を含有してもよい。)

【0018】上記の各種ポリオルガノヒドロジェンシロキサンのうちでは、特に下記のものが、イソブチレン系重合体(A)や有機ゴム(B)との相溶性が良好であ

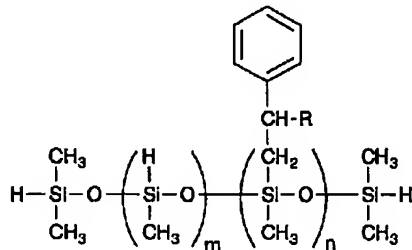
るため好ましい。

【0019】

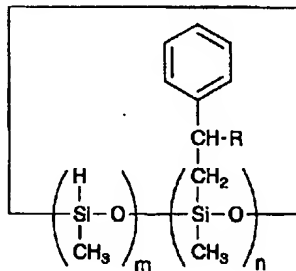
【化2】



(m, n は、 $3 \leq m+n \leq 50$ 、 $2 \leq m$ 、 $1 \leq n$ 、 R としては水素原子またはメチル基。)



(m, n は、 $1 \leq m+n \leq 50$ 、 $0 \leq m$ 、 $1 \leq n$ 、 R としては水素原子またはメチル基。)



(m, n は、 $3 \leq m+n \leq 20$ 、 $2 \leq m \leq 10$ 、 $1 \leq n \leq 18$ 、 R としては水素原子またはメチル基。)

【0020】またこれら(C)成分に含まれるヒドロシリル基の個数については少なくとも1分子中に2個あればよいが、2~30個が好ましい。本発明の組成物をヒドロシリル化反応により硬化させる場合には、該ヒドロシリル基の個数が2より少ないと、(A)成分の架橋が遅く硬化不良を起こす場合が多い。また、該ヒドロシリル基の個数が30より多くなると、(C)成分である有機ケイ素化合物の安定性が悪くなり、その上硬化後も多量のヒドロシリル基が硬化物中に残存し、ポイドやクラックの原因となる。

【0021】本発明に使用される(D)成分は、アルケニル基とヒドロシリル基とのヒドロシリル化反応に対して触媒作用を示すものであれば、特に制限はなく、任意のものが使用できる。その代表的なものの一つとして白金化合物が挙げられる。具体的には、塩化白金酸や白金の単体、あるいはアルミナ、シリカ、カーボンブラック等の担体に固体白金を担持させたもの、さらに白金-ビニルシロキサン錯体、白金-ホスフィン錯体、白金-ホ

スファイト錯体、白金アセチルアセトン錯体、またAshbyの米国特許第3159601号及び3159662号明細書中に記載された白金-炭化水素複合体、並びにLamoreauxの米国特許第3220972号明細書中に記載された白金アルコール触媒も挙げられる。

【0022】また、白金化合物以外の触媒の例としては、 $\text{RhCl(PPh}_3)_3$ 、 RhCl_3 、 $\text{Rh/Al}_2\text{O}_3$ 、 RuCl_3 、 IrCl_3 、 FeCl_3 、 AlCl_3 、 $\text{PdCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 NiCl_2 、 TiCl_4 、等が挙げられる。これらの触媒は単独で使用してもよく、2種以上併用しても構わない。(D)成分としては、塩化白金酸、白金-オレフィン錯体、白金-ビニルシロキサン錯体、 Pt(acac)_2 等が、触媒活性が高い等の理由により好ましい。

【0023】本発明の(D)成分の使用量には特に制限はないが、通常、(A)成分中のアルケニル基1molに対して $10^{-1} \sim 10^{-8}$ mol使用する。好ましい使用

量は $10^{-2} \sim 10^{-6} \text{mol}$ である。ヒドロシリル化触媒は、一般に高価で腐食性であるだけでなく、触媒量が多いとヒドロシリル化反応の副反応が優先して水素ガスを大量に発生して硬化物が発泡体となる場合があるので 10^{-1} モル以上用いない方がよい。

【0024】本発明に使用される(E)成分は、通常、ブチルゴムに使用できる加硫剤であれば特に制限なく使用できる。(E)成分としては、具体的には、硫黄、サルファードナー、低イオウ高加硫促進剤、キノイド、レジン等が挙げられる。一方、ゴムの加硫剤として一般的に使用される有機過酸化物は、ポリイソブチレン鎖の解重合を引き起こす可能性があるため、本発明の(E)成分として有機過酸化物を使用するのが好ましくない場合もある。

【0025】本発明の架橋可能なゴム組成物には、発現物性への要求に応じて、増量剤や補強充填剤、加工助剤、さらに貯蔵安定性を確保するためのヒドロシリル化架橋反応の反応抑制剤(すなわち貯蔵安定性改良剤)を配合することができる。増量剤や補強充填剤としては、ヒュームドシリカ、湿式シリカ、石英微粉末、カーボンブラック、重質炭酸カルシウム、軽質炭酸カルシウム、タルク、二酸化チタン、ケイ酸アルミニウム、亜鉛華、ガラス繊維等を使用することができるが、これらに制限されるものではない。

【0026】加工助剤としては、例えば金属酸化物、アミン類、脂肪酸とその誘導体を使用することができる。アミン類としては、3級又は4級アミンが好ましい。またヒドロシリル化反応抑制剤(すなわち貯蔵安定性改良剤)としては、脂肪族不飽和結合を含有する化合物、有機リン化合物、有機硫黄化合物、窒素含有化合物、錫系化合物、有機過酸化物等が挙げられる。これらの中で特にポットライフと硬化性の両立という点から、チアゾール類、ベンゾチアゾール類、ジメチルマレート、アセチ

レンアルコール類、不飽和基含有オルガノシロキサン等が好適なものとして挙げられる。

【0027】本発明の架橋可能なゴム組成物を混合する際には、バンバリーミキサー、ニーダー、2本ロールなどの混練り機器を使用することができる。また、本発明の架橋可能なゴム組成物は、通常は、 $80 \sim 200^\circ\text{C}$ で数分間～数時間の加熱することにより架橋することができる。また、 $80 \sim 200^\circ\text{C}$ で数分間の一次加硫に続いて $80 \sim 200^\circ\text{C}$ で数時間の二次加硫をおこなうことを特徴とする、2段階での加硫をおこなうことも実用的である。

【0028】このようにして得られる、本発明の架橋可能なゴム組成物を架橋したゴム弾性体は、優れた耐熱性、耐候性、耐薬品性、低気体透過性、低透湿性、高振動吸収性等を有し、かつ機械強度にも優れていることから、ホース、防振材、ベルト、カップリング材、ロール、靴底などの成形材料としての用途に好適に使用することができる。

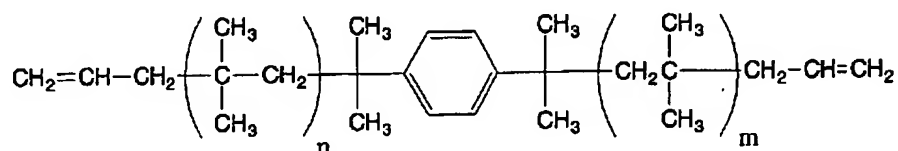
【0029】

【実施例】以下、実施例を挙げ、本発明をさらに詳細に説明する。本発明の効果を確認するために、以下に示す実施例に基づいて作製した架橋ゴムサンプルと、比較例に基づいて作製した架橋ゴムサンプルについて、1) JIS 1号形ダンベルを用いた引張試験、2) 130°C 熱風乾燥機を用いた耐熱性試験、3)を用いた耐候性促進試験を実施し、各種特性の優劣を確認した。

【0030】本実施例の実施にあたっては、成分(A)として、特開昭63-105005号公報に記載してある合成方法により得た下記に構造を示す(A)成分である化合物A(数平均分子量10,600、分子量分布1.2、末端オレフィン官能基数1.9)を使用した。

【0031】

【化3】

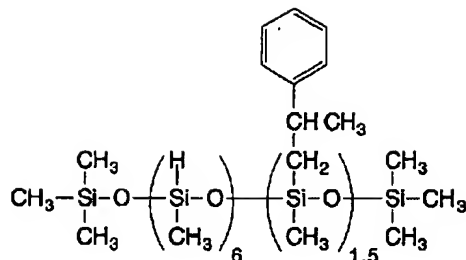


【0032】また、成分(C)としては、下記に構造を示す化合物B

【0033】

【化4】

化合物A



化合物B

【0034】を使用した。

参考例1

(A) 成分として化合物Aを100重量部に対し、無機フィラーとしてアエロジルR972を30重量部、

(C) 成分中の化合物Bを5重量部、更に保存安定性改良剤としてジメチルマレートを白金に対し30モル当量及び(D) 成分の触媒としてビス(1, 3-ジビニル-1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサン)白金錯体触媒(3%キシレン溶液)を白金が(A)成分のアルケニル基量のモル数に対して 5×10^{-4} 当量になる量を、順次2本ロールにより混練し、イソブチレン系重合体組成物(1)を得た。

実施例1

有機ゴムとしてポリブタジエンゴム、ポリ(スチレン-ブタジエン)ゴム、アクリルゴム〔日本合成ゴム(株)製、AR101〕、エチレン-プロピレンゴム〔日本合成ゴム(株)製、EP43〕、ニトリルゴム〔日本合成ゴム(株)製、N230S〕各種を対象とし、上記イソブチレン系重合体組成物を、順次、ゴムミキサー内に投入、混練し、均一状態になった時点で、さらに加硫剤などを加え、混練りし、排出した。これをプレス加硫(100 kgf/cm²、170℃で30分加熱)することによりシート状架橋ゴムを得た。

比較例1

比較例としては、前記実施例に使用した有機ゴム各種について、それぞれ単独で、加硫剤などを加え、混練り

し、排出した。これをプレス加硫(100 kgf/cm²、170℃で30分加熱)することによりシート状架橋ゴムを得た。また、前記参考例により得たイソブチレン系重合体組成物(1)についてもプレス加硫(100 kgf/cm²、170℃で30分加熱)することによりシート状架橋ゴムを得た。

【0035】これらの実施例及び比較例により得た各種シート状架橋ゴムをJIS 3号ダンベル型に打ち抜き、引張試験、耐熱性試験、耐候性試験を実施した。上記の結果より、本発明の組成物は有機ゴムを加硫した架橋ゴムに比較し、耐熱性及び耐候性の点において優れることが明らかになった。また、比較例において作製した参考例記載のイソブチレン系重合体組成物(1)からなる架橋ゴムに比較し、機械特性に優れることが明らかになった。

【0036】

【発明の効果】本発明の架橋可能なゴム組成物は、イソブチレン系重合体由来する優れた耐熱性、耐候性、耐薬品性、低気体透過性、低透湿性、高振動吸収性等の各種特性を有した、機械強度にも優れた架橋ゴムを提供する。このような特徴を有する架橋可能なゴム組成物から得られる架橋ゴム弾性体は、例えばホース、防振材、ベルト、カップリング材、ロール、靴底などの成形材料として好適に使用し得るものであり、工業的価値が極めて大きい。